

поле с напряженностью 3.7 кЭ и направлением силовых линий, перпендикулярным оси вращения ротора, 2 – создающий магнитное поле с напряженностью 3.6 кЭ и направлением силовых линий, параллельным оси вращения ротора.

Построена фазовая диаграмма системы, определены области существования изотропных и анизотропных растворов. Построены концентрационные зависимости вязкости системы ЭЦ – этанол при напряжениях магнитного поля 3.6 и 3.7 кЭ. Показано, что наложение магнитного поля приводит к значительному возрастанию вязкости систем. При этом поле с направлением силовых линий, перпендикулярным оси вращения ротора, оказывает большее влияние на вязкость системы, чем с параллельным. Концентрационная зависимость вязкости в магнитном поле описывается кривой с максимумом

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта 12-08-00381-а).*

## **ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СОСТАВОВ КФК И ОТРАБОТАННОГО ОКСИДНОГО КАТАЛИЗАТОРА ПРИ ЕГО ПОЛУЧЕНИИ**

*Ефремова Т.А.<sup>(1)</sup>, Меньшиков С.Ю.<sup>(2)</sup>, Ганебных И.Н.<sup>(2)</sup>, Валова М.С.<sup>(2)</sup>*

<sup>(1)</sup>Уральский государственный горный университет

620144, г. Екатеринбург, ул. Куйбышева, д. 30

<sup>(2)</sup>Институт органического синтеза УрО РАН

620041, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, д. 22

Известно, что взаимодействие карбамида и формальдегида в процессе Perstorp-Reichhold ('Formox') может приводить к продуктам олигомеризации (КФК), содержащим в своем составе как метиленовые, так и метилольные мостики. Наличие первых нежелательно, так как полученные в таком случае продукты являются менее реакционноспособными к дальнейшим превращениям. Изучение состава полученных продуктов возможно комбинацией метода масс-спектрометрии с электрораспылительной ионизацией и методов ЯМР и ИК спектроскопии. Метод ионизации распылением осуществляет ионизацию олигомеров без существенной фрагментации и может использоваться для определения их средних молекулярных масс. Однако для этого метода очень высокие требования к растворимости образцов: можно использовать лишь те растворители, которые при электрораспылении обеспечивают катионизацию макромолекул. В общем же случае этот метод лучше всего ис-

пользовать для анализа низкомолекулярных олигомеров и полимеров со средними молекулярными массами всего в несколько килодальтон путем регистрации, по-видимому, однозарядных ионов.

Варьированием природы мобильной фазы методом ВЭЖХ МС нами было показано, что масс-спектры образцов в ДМФА и MeCN/H<sub>2</sub>O отличаются не очень сильно. Наибольший интерес для исследований представляли образцы до и после замены катализатора в трубчатом реакторе предприятия Уралхимпласт и контрольный образец, полученный на другом предприятии в г. Тольятти. Если сравнить спектры ЯМР <sup>1</sup>H данных образцов обращает на себя внимание соотношение интегральных интенсивностей трех типов сигналов – сильного синглета воды при 3.76 м.д.: мультиплета в области 4-5,25 мд: семи синглетов в области 5,25 -6,6 м.д.=29.18:50.76:13.13; 25.38:52.47:15.24; 25.87:54.32:13.72. То есть соотношение интегральных интенсивностей для воды не соответствует Вязкости условной по вискозиметру ВЗ-246 (сопло 4 мм) 63:44:52, которая коррелирует с данными элементного анализа по азоту 12,64: 11,67: 11,79. Объяснение такой аномалии можно найти, если снова обратиться к масс-спектрам образца до замены катализатора, регистрация для которого осуществлялась дважды с интервалом в 1,5 месяца. Было показано, что, несмотря на большее содержание воды (исходя из интегральной интенсивности протонов) молекулярная масса полученных олигомеров в этом образце оказалась выше, по-видимому, за счет более высокой концентрации исходного раствора карбамида, что и привело к аномально высокому значению вязкости. Однако, судя по данным спектров ЯМР <sup>13</sup>C, олигомеры в этом образце оказались менее разветвленными, чем в контрольном образце полученном на предприятии в г. Тольятти. Таким образом метод ВЭЖХ МС в комбинации с данными элементного анализа ЯМР и ИК спектроскопией позволяет оценить молекулярно-массовое распределение образцов КФК, не прибегая к использованию ГПХ. Состав отработанного железомолибденового катализатора изучался также с помощью методов ЭПР и атомно-адсорбционной спектроскопии.

*Работа выполнена при финансовой поддержке ОАО “Уралхимпласт”.*